

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-282221

(43)Date of publication of application : 18.11.1988

(51)Int.Cl.

C22C 1/05
C22C 9/00

(21)Application number : 62-116820

(71)Applicant : HITACHI LTD
HITACHI POWDERED METALS CO LTD
HITACHI KOKI CO LTD

(22)Date of filing : 15.05.1987

(72)Inventor : KAMITSUMA YASUO
MATSUZAKA KYO
KIKUCHI ATSUSHI
KOBAYASHI YOSHIHIRO
ISHI ISAO
ENDO HIROYUKI
TAKADA TAMIO
YOMO HIDEO
ABE TAKAO

(54) MANUFACTURE OF COMPOSITE SINTERED MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To develop a Cu-base composite material excellent in wear resistance even in lubricant free state, by mixing a graphite powder of a specific grain size whose surface is plated with Cu with a metallic powder mixture composed principally of Cu powder and by subjecting the resulting powder mixture to compacting, to sintering, and further to recompacting.

CONSTITUTION: A uniform powder mixture consisting of, by weight, 3W20% of graphite powder which is coated with Cu by electroplating or electroless plating and in which aspect ratio and grain size are regulated to 4W8 and 50W400 μ m, respectively, and respective powders of Sn, Pb, Zn, Bi and Fe and the balance Cu powder is compacted at 4W7ton/cm² pressure into the prescribed shape. The resulting green compact is sintered at 700W850° C, and the sintered compact is recompacted under 4W7ton/cm² pressure again. By this method, the Cu-base composite material in which graphite acts as solid lubricant and, as a result, which has superior wear resistance even in lubricant free state and is suitable for bearing, etc., can be obtained.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

⑨ 日本国特許庁(J P)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-282221

⑬ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)11月18日

C 22 C 1/05
9/00

Q-7511-4K
6735-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 複合焼結材料の製造方法

⑯ 特 願 昭62-116820

⑰ 出 願 昭62(1987)5月15日

⑱ 発 明 者 上 妻 康 夫 茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研
究所内
⑲ 発 明 者 松 坂 矯 茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研
究所内
⑳ 発 明 者 菊 池 淳 茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研
究所内
㉑ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地
㉒ 出 願 人 日立粉末冶金株式会社 千葉県松戸市稔台520番地
㉓ 出 願 人 日立工機株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番2号
㉔ 代 理 人 弁理士 小川 勝男 外2名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

複合焼結材料の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. Su , Pb , Zn , Bi , Fe と被覆黒鉛粉
を含み、残部が実質的に Cu よりなる黒鉛含
 Cu 基複合焼結材料において、

焼結体中の黒鉛のアスペクト比が4~8の範
囲になることを特徴とする耐摩耗性に優れた複
合焼結材料の製造方法。

2. 前記組成成分中の黒鉛量は3~20重量%であ
り、その粒径が50~400 μm であることを
特徴とする特許請求の範囲第1項記載の複合焼
結材料の製造方法。

3. 前記組成成分中の黒鉛が電気めつきあるいは無
電解めつき法による Cu 被覆黒鉛であることを
特徴とする特許請求の範囲第1項記載の複合焼
結材料の製造方法。

4. 特許請求の範囲第1項記載の各粉末組合せの
混合粉末を均一に混合したのち4~7ton/cm²の

圧力で圧粉成形体を形成し、次いで成形体を
700~850℃の温度で焼結したのち、4~
6ton/cm²の圧力で再圧成形することを特徴とす
る複合焼結材料の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は無潤滑用ポンプ、無潤滑用各種軸受な
どの潤滑油を導入することが困難で、かつ、耐摩
耗性を必要とされる摩擦機構部材として使用でき
る耐摩耗性に優れた Cu 基複合材料、および、そ
の製造方法に関する。

〔従来の技術〕

無潤滑で動作する機構において、たとえば、潤
滑油が導入ができない各種軸受材として自己潤滑
材料がある。これら材料としては、例えば、特開
昭51-45603号、特開昭56-13451号、特開昭
56-169739号公報などがあり、固体潤滑剤である
黒鉛や二硫化モリブテンを含んだ耐摩耗材である。
しかし、固体潤滑剤である黒鉛粉粒子のアスペク
ト比と摩耗特性の関係による最速耐摩耗焼結材料

の製造法については、まだ、検討並びに考慮がされていなかった。

(発明が解決しようとする問題点)

また、上記従来技術では無潤滑で動作させると過大な摩擦熱の発生により固体潤滑剤である二硫化モリブテンが腐蝕し摩耗特性が不安定となる問題があった。

本発明の目的は無潤滑下でも十分安定である黒鉛を固体潤滑剤として含む耐摩耗性の優れた焼結材料の製造方法を提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

発明者らは、耐摩耗性に優れた焼結材料を研究した結果、耐摩耗性効果を賦与する成分として固体潤滑性のある黒鉛を用いその炭素粒子外面に焼結時のぬれ性を良好にするため電気及び無電解CuめつきしてCuマトリックス中に分散させ、さらに低融点で耐摩耗性を賦与する鉛及び焼結体の全般的な機械的強度向上に寄与する錫、亜鉛、ビスマス、鉄を添加した複合材料とすることにより、前記目的の耐摩耗性を満足する材料を得た。

適用材として適さない。このため、炭素量を3～20%の範囲にする必要がある。また、特に摩擦係数が低く、かつ、曲げ強度が高い複合材料とするためには、炭素の量を3～6%にすることが望ましい。

また、この炭素成分は、黒鉛粉末、または、炭素繊維の形で混合することができ、黒鉛粉の粒径は50～400 μ が混合しやすく、かつ、黒鉛の固体潤滑剤としての作用が最も効果的に発揮される。

炭素成分は焼結性とマトリックス成分(Cu)との結合力(ぬれ性)を良くするため、黒鉛粉末、または、炭素繊維に電気めつき及び無電解めつき法により、炭素成分表面にCuめつきによりCuを被覆することが必要である。

まず、一例として、Sn-Pb-Cの銅基焼結材料の各粉末成分の作用についてみると、錫成分は焼結体の全般的な機械的強度向上に作用するが、第5図から明らかなように、5%以下では効果がなく、15%以上では脆化を促進し強度が低下す

また、その複合材料を得る方法として、重量比で3～20重量%の粒子の大きさ50～400 μ mのCuメッキした黒鉛粉末とSn, Pb, Zn, Bi, Feを適宜混合した組成及び残部Cuを均一に混合したのち、4～7ton/cm²の圧力で成形体を形成し、次いで、圧粉成形体を700～850℃の温度で焼結し、その後、4～6ton/cm²の圧力で再成形すること、及び添加する黒鉛粒子のアスペクト比を4～8の範囲に制御することによって耐摩耗性の優れた焼結複合材料の製造法を開発することができた。

(作用)

本発明の複合材料の組成及び製造方法について前述の通り限定した理由を説明する。

炭素は焼結の際、熱分解することなく、固体潤滑剤として作用し、摩擦係数並びに凝着を低める効果をもつが3%より少ない範囲では摩擦係数の低下並びに凝着に対する効果が発揮できず耐かじり及び耐摩耗性が低下する。また、20%を超えると、第4図に示す通り曲げ強度の低下が著しく明

るため、上記のように、5～15%範囲が望ましく、特に、8～10%が最も良好な範囲を示す。

鉛成分は低融点金属のため無潤滑中で鉛の皮膜をつくり凝着を防止する成分であり、特に高負荷条件の場合、著しく効果を発揮する。鉛量は2～10%が適量であつて2%以下では馴み性、すなわち、塑性流動性を良くする効果がなく、また、10%以上では複合体の強度を低下させるためである。また、3～5%範囲では、組成成分との相乗効果により最も摩擦係数、耐かじり性及び耐摩耗性が最も良い結果を示す。

次に前述の通り、Sn, Pb, CおよびCuからなるCu基複合材料の製造方法において、圧粉圧力及び焼結温度にそれぞれ数値限定を加えた技術的理由は次の通りである。

前述組成範囲を満足する各粉末量を均一に混合したのち、4～7ton/cm²の圧力で圧粉成形としたのは次の焼結→再圧成形の製造工程と関連した相乗効果によるものであるが、成形圧のみで言うと4ton/cm²以下の成形圧では、その後の製造工程に

特開昭63-282221(3)

において、成形体に割れが発生したり、成形体形状が維持されないためである。また、7 ton/cm²以上ではそれ以上としても成形体の密度及び強度的改善効果が大きく望めないためである。

次に、焼結温度を700～850℃としたのは、再圧成形に関連するものであるが、700℃以下ではその工程で再圧成形しても密度及び強度が低いためである。また、850℃以上としても密度及び強度的に顕著な改善効果が見られないためである。

焼結後の再圧成形圧力を4～6 ton/cm²としたのは4 ton/cm²以下では同様に密度及び強度が低いためであり、また、6 ton/cm²としても大きな改善が望めないためである。また、各工程における黒鉛粉及びCu被覆黒鉛の炭化、すなわち、成形圧力方向に対して黒鉛粒子のアスペクト比（圧力に対して黒鉛のつぶれた最大巾と厚みの比率）をみると、第2図に示す通りで、一回目の成形時の圧力と黒鉛粒子のアスペクト比の関係は4～8程度である。なお、黒鉛粒径は50～400 μmのもの

である。第13図は再圧時の圧力と黒鉛粒子のアスペクト比を示したもので、第一回目よりは大きな変化はないが5～6の割合であり、Cu被覆した方が処理しないものよりもアスペクト比は1/3になる傾向を示す。これは、Cu被覆しない黒鉛粉は成形時に各成分粉末粒子に入り込み、圧力応力をまともに受けて変形するため、アスペクト比が大きくなる。しかし、Cu被覆黒鉛は被覆したCu被膜が成形時の圧力に対して黒鉛を強固に守り、他の粉末成分粒子とも強固に結合できるためにアスペクト比が小さくなる。

次に、Sn-Zu-C、Su-Pb-Zu-C、Pb-Bi-C-Fe-Cの銅基焼結材料の各粉末成分の作用についてみると、亜鉛成分は、錫と同様、焼結合金となり、黄銅から青銅と合金して銅-亜鉛-錫合金を形成して地の強度が上昇し、黒鉛との相乗効果により耐摩耗性が向上する。その量は1～10重量%が良い。

次に、ビスマス成分は鉛成分と同様、低融点金属のため無潤滑中で鉛とビスマスの皮膜をつくり

森者を防止する。その量は1～3重量%が良い。

次に、鉄は焼結合金中に固溶せず分散し、地の硬さ及び強度を上昇させる。その量は0.5～2重量%が良い。

各成分の作用を述べたが、次に各組成のCu基複合材料の製造方法において、圧粉圧力及び焼結温度にそれぞれ数値限定を加えた技術的理由は次の通りである。

まず、圧粉成形圧力について述べると、各組成分の焼結体とも前述したSu-Pb-Cの銅基焼結材料に述べた条件と、ほぼ、同等の条件で良く4～7 ton/cm²の圧力範囲が良い。また、焼結温度も700～850℃で十分であり、焼結後の再圧成形圧力：4～6 ton/cm²が良い。この場合の黒鉛粉のアスペクト比もほぼ同等比率を示す。

次に、黒鉛粉の大きさと摩耗特性には相関関係があり、たとえば、黒鉛粉の大きさが50 μ以下であると摩擦係数が高く摩耗量も多くなり黒鉛の潤滑効果が発揮されない。また、400 μ以上になると混合粉の偏析がおきやすく、均一分散がむ

ずかしく耐摩耗性が劣る。このため、最適黒鉛粒子の大きさは50～400 μが適する。

【実施例】

〈実施例1〉

本実施例に供した素材の化学組成を表1に示す。表1中、試料№1～№8は本発明で規定する要件を満足するものであり、№9～17はSu、Pb、Cのいずれかが本発明で規定する範囲を外れた比較材である。表1（次頁）の№1～17に示す化学組成をもつ素材粉末を、V型混合機で30分間混合したのち、5 ton/cm²の圧力で成形し、760℃で焼結した後、5 ton/cm²で再圧成形したものである。第1図は試料の耐かじり摩耗限界面圧を求めたものである。摩擦条件は相手材として共晶鋳鉄（FC20）を用い、雰囲気は大気中とし摩擦面圧を適宜変化させて行つたものである。この結果から知られるように、発明材の耐かじり摩耗限界面圧は他のものに比べて高く、Su及びC（黒鉛）が発明組成範囲より少ないと、かじり限界面圧が低いことがわかる。

特開昭63-282221(4)

<実施例2>

表 1

成分(vt%) 試料№	Su	Pb	C	Cu
1	5	4	5	残
2	10	4	5	"
3	15	4	5	"
4	9	3	5	"
5	9	4	5	"
6	9	5	5	"
7	9	4	3	"
8	9	4	6	"
9	1	4	5	"
10	20	4	5	"
11	1	1	5	"
12	20	10	5	"
13	1	1	10	"
14	20	10	20	"
15	9	—	5	"
16	—	4	5	"
17	9	4	—	"

おけるC量と曲げ強さの関係を示したものである。これから明らかなように、C量が多くなるに従って強度は低下しており、C量20%以上になると急激に低くなる。従って、強度的に見るとC量は20%以下、好ましくは10%以下が良いことがわかる。

第5図は、Pb:4%、C:5%、Cuに添加したSu量におけるSu量と曲げ強度との関係を示したものである。曲げ強度はSu量が多くなるに従って低下するが、15%以上になると低下率が大きくなり好ましい状態でないことがわかる。以上の結果より、Su、Pb、C及びCuから複合材において、Su、Pb及びCの含有最大限は、Su:15%、Pb:10%、C:20%が良いことがわかる。

<実施例4>

第6図ないし第8図は、配合比としてSu:9%、Pb:4%、C:10%及び残Cu組成材について、その製造方法及び特性について示したものである。第6図は以下の製造工程において、成形

第2図は、Su:9%、Pb:4%、CuおよびCとの複合材において、C量を変化させた場合の摩擦係数を求めたものである。これらの組成材の製造法は実施例の発明材と同じである。また、摩擦試験条件も同じである。

Su、Pb、Cu及びC複合材において、C量と摩擦係数の間には、C量3%~15%において摩擦係数は一定値を示しているのに対し、3%以下では摩擦係数が大きく、また20%以上でも同様に摩擦係数が高くなり不安定であることがわかる。

第3図は、同じくSu、C、Cu及びPb複合材において、Pb量を変化させた場合の摩擦係数との関係を示したものである。Pb量と摩擦係数の関係はPb量:3~5%の範囲において摩擦係数が最も低く、かつ、ほぼ一定値を示して安定しているが、それ以外では摩擦係数は高くなることがわかる。

<実施例3>

第4図は、第2図に示した試料と同じ試験片に

(5 ton/cm²)→焼結(760℃)→再圧成形(5 ton/cm²)において、成形工程を2~10 ton/cm²に変化させ、強度及び密度の関係を調べたものである。この結果より成形圧力3 ton/cm²未満では、その製造工程において、成形体形状を維持できない。また、7 ton/cm²以上としても強度及び密度とも向上することが認められない。

第7図は、成形(5 ton/cm²)→焼結→再圧成形(5 ton/cm²)の製造工程において、焼結温度を600~950℃に変化させた場合の強度と密度の関係を示したものである。焼結温度700℃以下では強度及び密度とも低い値を示しているが、750℃~850℃になると強度及び密度とも高い値を示す。しかし、850℃以上になっても強度が上昇しないことがわかる。

第8図は成形(5 ton/cm²)→焼結(760℃)→再圧成形の製造工程で、再圧成形圧力を2 ton/cm²~10 ton/cm²に変化させた場合の強度と密度の関係を示す。再圧成形圧力が4 ton/cm²以下では強度及び密度とも低い。また、6 ton/cm²以上の再圧

特開昭63-282221(5)

成形圧力では強度及び密度ともにほぼ一定値を示すことがわかる。

〈実施例5〉

第9図、第10図は配合比としてS_u:9%, Pb:4%, C:5%及び覆Cu組成材について、実施例1の発明製造法により作製した場合のCの粒径と強度及び密度の関係を示す。

第9図のCの粒径と摩擦係数の関係についてみると、Cの粒径が50μ以下では摩擦係数は高い値を示しているが、50~400μまでは、ほぼ、一定の摩擦係数を示し、低い値を示している。しかし、それ以上の粒径が大きくなると高い値を示し良くないことがわかる。

第10図のC粒径と強度及び密度の関係についてみると、C粒径が50μ未満及び400μ以上になると、曲げ強さは著しく低下することがわかる。以上の結果よりC粒径の最大限の大きさは400μまでが限度であり、摩擦係数の関係から最小限の大きさは50μが望ましい。

第11図の乾式における焼付き試験結果について

てみると、乾式において、各組合せを比較するとJIS規格の焼結含油軸受材三種類より耐焼付き性が良好で約五倍も優れていることがわかる。

第12図及び第13図は成型圧力と黒鉛粒径50~400μmのアスペクト比を示したもので、Cu被覆した黒鉛は成型圧力で4~7ton/cm²、再成型圧力で4~6ton/cm²で行うとCu被覆した黒鉛のアスペクト比は5~7を示し、Cu被覆しない黒鉛よりもアスペクト比が小さいことがわかる。

第14図は第12図及び第13図で作製された黒鉛含Cu基焼結複合材料を用いて摩擦摩耗試験を行った結果を示す。この結果より成型圧力:4~7ton/cm²、再成型圧力:4~6ton/cm²で得られた銅被覆した黒鉛と被覆しない黒鉛入り焼結複合材料の摩擦係数及び摩耗量は銅被覆した黒鉛、すなわち、アスペクト比の小さい焼結複合材の方が優れていることがわかる。

〔発明の効果〕

本発明によれば、従来の材料では得られなかった無潤滑状態でも優れた耐摩耗性をもち、かつ、

油潤滑でも優れた耐摩耗性のCu基複合材料を開発し、また、そのCu基複合材料を工業的に安定して得ることができる。

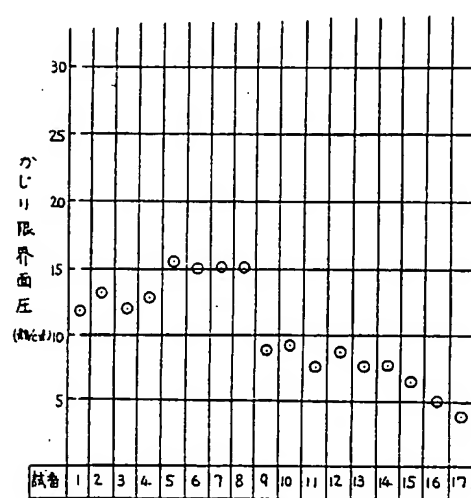
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例の摩耗試験結果を示す図、第2図はC量と摩擦特性の関係を示す図、第3図はPb量と摩擦特性の関係図、第4図はC量と曲げ強さの関係図、第5図はS_u量と曲げ強さの関係図、第6図は成型圧力と曲げ強さ及び密度の関係図、第7図は焼結温度と曲げ強さ及び密度の関係図、第8図は再圧成型圧力と曲げ強さ及び密度の関係図、第9図はC粒径と摩擦特性の関係図、第10図はC粒径と曲げ強さ及び密度の関係図、第11図は焼付き試験結果図、第12図は成型圧力とアスペクト比の関係図、第13図は再成型圧力とアスペクト比の関係図、第14図は摩耗試験結果を示す図である。

S_n…鉛、Pb…鉛。

代理人 井理士 小川勝男

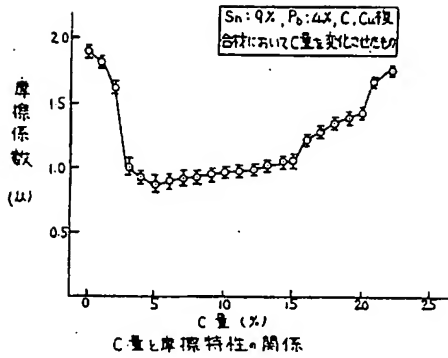
第1図



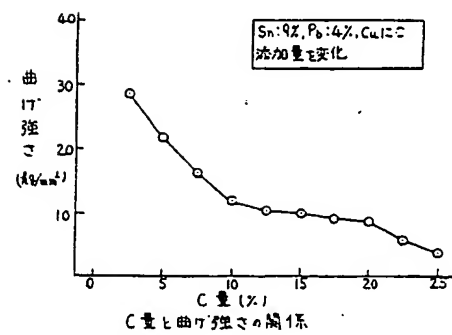
摩耗試験結果

特開昭63-282221(6)

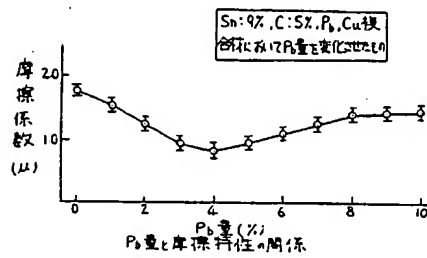
第2図



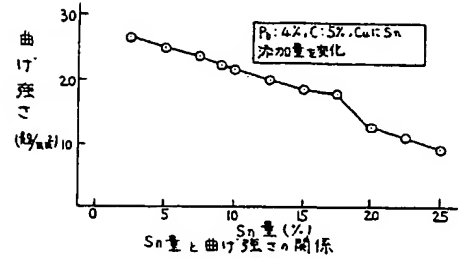
第4図



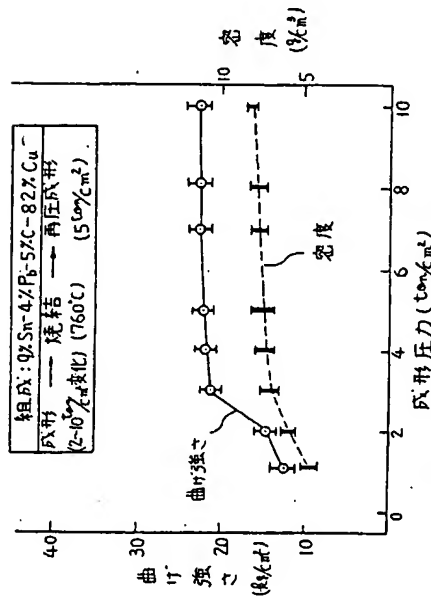
第3図



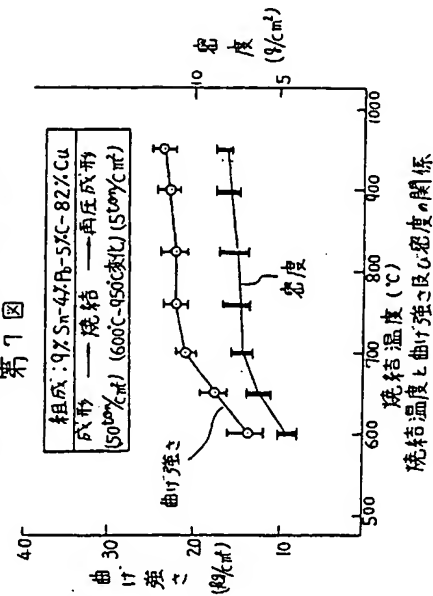
第5図



第6図

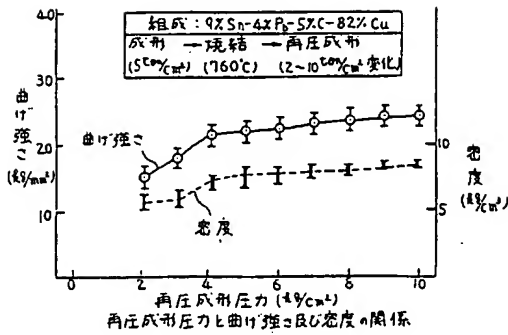


第7図

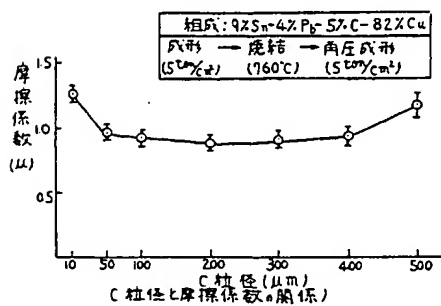


特開昭63-282221(7)

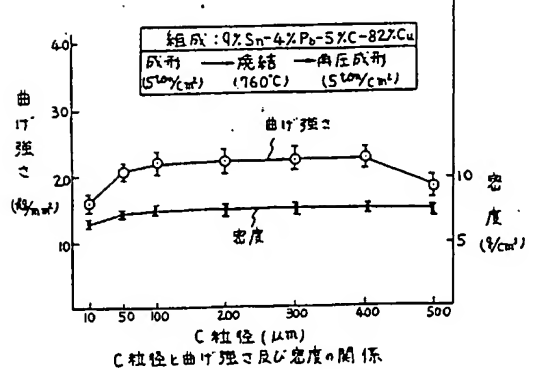
第8図



第9図



第10図



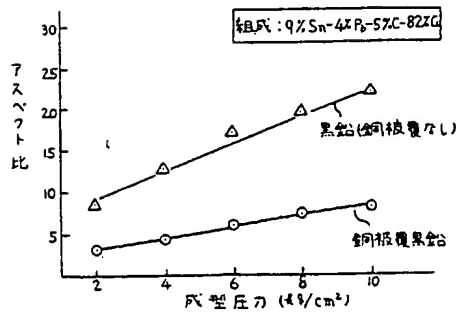
第11図

(1500P.M., 面圧: 5⁰⁰/cm²)

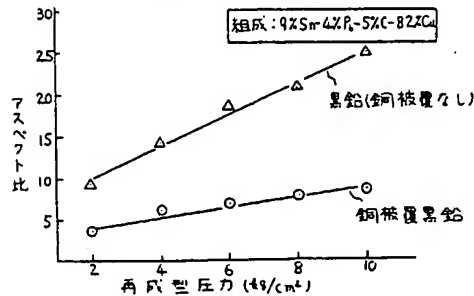
組合せ		焼付到達時間(分)							
固定片	可動片	10	20	30	40	50	60	70	80
SBK1112	FC20	—							
SBK2118	FC20	—							
SBF5110	FC20	—							
透明材	FC20	—							

焼付試験結果

第12図



第13図



第14図

NO	原板 銅 無	組合せ		総摩耗量 (×10 ⁻³ g)					摩擦係数
		固定片 (アスベツト比)	可動片	2	4	6	8	10	
1	無		FC20	[Hatched]					1.01
2	有		FC20	[Hatched]					0.98
3	無		FC20	[Hatched]					0.85
4	有		FC20	[Hatched]					0.92
5	無		FC20	[Hatched]					1.02
透明材	有		FC20	[Hatched]					0.60
	有		FC20	[Hatched]					0.61
	有		FC20	[Hatched]					0.52
	有		FC20	[Hatched]					0.51
	有		FC20	[Hatched]					0.50

組成: 9%Sn-4%Pb-5%Cu-82%Cu
摩擦条件: 幹式, 周速: 3%_S18r, 面圧: 0.2⁰⁰/cm²

特開昭63-282221(8)

第1頁の続き

⑫発明者	小林	良弘	茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内
⑬発明者	伊師	功	茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内
⑭発明者	遠藤	弘之	千葉県我孫子市つくし野3丁目3-208
⑮発明者	高田	民夫	千葉県松戸市南花島2-32-3
⑯発明者	四方	英雄	千葉県松戸市大金平1-48-1
⑰発明者	阿部	孝男	東京都千代田区大手町2丁目6番2号 日立工機株式会社内